



普通高等教育“十一五”国家级规划教材

分析化学实验

(第五版) 上 册

武汉大学 主编



高等教育出版社
HIGHER EDUCATION PRESS



普通高等教育“十一五”国家级规划教材

分析化学实验

Fenxi Huaxue Shiyan

(第五版) 上册



高等教育出版社·北京
HIGHER EDUCATION PRESS BEIJING

内容提要

《分析化学实验》(第五版,上册)是在《分析化学实验》(第四版)的基础上修订而成的。全书包括十一章:分析化学实验的基础知识、常见离子的定性分析实验、定量分析仪器与操作方法、定量分析基本操作实验、酸碱滴定实验、络合滴定实验、氧化还原滴定实验、沉淀滴定与重量分析实验、分光光度法实验、常用的分离富集方法实验及综合实验。与前一版相比,增加了一些新实验,同时也删去了部分过时的内容。

本书内容全面,层次多样,与实际联系紧密。可作为综合性大学化学、应用化学、材料化学、环境科学、地质等专业的分析化学实验教材,也可供高等师范院校和工科院校有关专业参考。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验.上册/武汉大学主编. —5版. —北京:高等教育出版社,2011.1

ISBN 978-7-04-030720-7

I. ①分… II. ①武… III. ①分析化学—化学实验—高等学校—教材 IV. ①O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 209672 号

策划编辑	鲍浩波	责任编辑	陈琪琳	封面设计	张楠
责任绘图	尹莉	版式设计	张岚	责任校对	王超
责任印制	张泽业				

出版发行 高等教育出版社
社址 北京市西城区德外大街4号
邮政编码 100120

经销 蓝色畅想图书发行有限公司
印刷 中国农业出版社印刷厂

购书热线 010-58581118
咨询电话 400-810-0598
网址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>
网上订购 <http://www.landrac.com>
<http://www.landrac.com.cn>
畅想教育 <http://www.widedu.com>

开本 787×960 1/16
印张 15.75
字数 290000

版次 1978年8月第1版
2011年1月第5版
印次 2011年1月第1次印刷
定价 23.40元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

物料号 30720-00

第五版(上册)前言

分析化学实验是化学化工类专业的重要基础课之一,通过该课程的学习,不仅可使学生掌握分析化学的基本操作技能,提高动手能力,而且能培养学生实事求是的科学态度和良好的实验习惯,促其形成严格的量的观念。同时,也有助于加深对分析化学基础理论的理解和掌握。

为适应形势的变化,我们在《分析化学实验》(第四版)的基础上,编写了《分析化学实验》(第五版,上册)。修订时侧重如下几方面工作:1. 为使实验内容有更多的选择余地,增加了一些新实验,同时也删去了部分过时的内容;2. 考虑到学生的实验记录不太规范的事实,在每个实验后都增加了相应的参考记录表格;3. 根据有些学校的需要,部分实验同时按常规和微型实验两种方式编写;4. 由于计算机已成为大学生的必修课程,简单的数据处理是其内容之一,加之计算机在定量化学分析中的应用并不多,因此,本书中删去了原有的“计算机在分析化学实验中的应用”部分。

本书的实验内容分为三个层次,即基本操作练习实验与基础实验、设计性实验及综合实验,分别侧重培养学生的基本操作技能、独立实验能力及综合运用知识进行科学研究的能力。实验涉及一般化学试样、生物试样、药物试样、矿物试样及环境试样等的测试,包括 50 多个实验。使用本教材时,可根据学时数和实验的简繁情况一次安排一个实验或两个内容相关的实验。

参加本书编写的有武汉大学谢音(第 1,5,8 章)、曾百肇(第 3,6 章)、赵发琼(第 3 章仪器部分和第 4 章)、吴卫兵(第 7 章和附录),吉林大学王英华(第 2 章),中山大学邹小勇(第 9 章)、胡玉玲(第 10 章)、肖小华(第 11 章)等同志。全书由曾百肇整理定稿。

在本书修订过程中,许多兄弟院校从事分析化学工作的教师和实验技术人员及高等教育出版社鲍浩波提出了宝贵的修改意见,在此谨向他们表示衷心的感谢。

由于编者水平有限,书中难免有不妥和错误之处,谨望读者批评指正。

编 者
2010 年 4 月

第四版前言

1996年8月,国家教委化学教学指导委员会在内蒙古大学召开了“分析化学教学与教材建设研讨会”;1997年10月在武汉大学,邀请了部分高校分析化学同人就由武汉大学主编的《分析化学》(第三版)和《分析化学实验》(第三版)在教学实践中的体会进行了交流,对上述两书的修订进行了探讨,会后提出了修订大纲和编写计划;1998年7月又在中山大学举行了上述两教材第四版参编人员会议,对编写大纲和若干章节的初稿进行了研讨和修改,进一步明确了编写原则,落实了编写计划和各章的内容。

1. 分析化学和分析化学实验均是化学专业的主要基础课之一,两者既密切配合,又各有侧重,具有一定的完整性和独立性。分析化学实验重在使学生掌握常见元素的定性分析,常量组分的定量分析的基本知识、基本理论和基本方法,掌握分析测量中的误差来源、表征及实验数据的统计处理。了解常用的分离方法、吸光光度法的原理及应用,重在让学生建立起严格的“量”的概念,加强素质教育,注重从事理论研究、实际工作的能力和严谨的科学作风的培养,提倡创新精神。

2. 本书实验主要包括:练习基本操作的实验;与分析化学理论教学有关内容的实验;培养基本操作技能和进行科学研究能力的试验性、研究性、设计性的实验;学科间互相渗透的综合实验(特别单列一章即第十章),并加强分离科学、生命科学、环境科学和计算机在分析化学中的应用的內容,对生物试样、有机试样和药物试样分析有所关注。修改和精选定性分析的内容,增加了部分离子的鉴定反应,对“定量分析仪器和基本操作”进行整理和精选,单独列为第三章,不再分散到个别实验中阐述。此外,对每个实验的目的、原理、步骤、思考题及附录也进行了修改补充。

3. 全面贯彻国家法定计量单位。

4. 本书包括定性分析实验9个,定量分析实验约50个。使用本教材时,可根据各专业的要求和实验室的条件,对实验内容作适当取舍。

本书由武汉大学主编。由吉林大学、中山大学和武汉大学编。参加编写的有武汉大学潘祖亭(第一、三、七章和附录)、杨代菱(第四、六章)、孟凡昌(第五、十一章),吉林大学门瑞芝、邹明珠(第二章),中山大学陈焕光(第八、九、十章)等同志。张玉清等对部分新增加的实验条件进行了试验,段雨洛对部分计算机程

序进行了调试。全书由潘祖亭同志整理定稿。

在本书的修订过程中,北京大学、吉林大学、中山大学和武汉大学等校的许多从事分析化学工作的教师和实验技术人员提出了宝贵的修改意见,特此致谢。

本书虽经多次集体讨论和一再校阅,但欠妥之处仍恐难免。祈望读者不吝赐教,以俟再版时订正。

编 者

1999年9月

第三版前言

1991年10月,理科化学教学指导委员会分析化学教材建设组在武汉召开的会议上,重新讨论了综合大学理科“分析化学实验”的课程内容与教学基本要求。据此,确定了第三版的编写原则和内容。

1. 分析化学实验是综合大学的基础课程之一,它将密切配合分析化学课堂教学,对学生进行分析化学实验技能的严格训练,既注意与课堂教学内容的衔接,又必须使实验教材具有一定的完整性和独立性。

2. 分析化学是一门实践性很强的学科,作为本学科的实验教学最重要的任务是发展学生的智力,智力因素包括下面七种:查阅、动手、观测、记忆、思维、想象和表达^①。其立足点是要注意培养学生分析问题和解决问题的能力,加强对“量”的概念的认识。

3. 分析化学实验内容应注意将学科的传统内容与现状、发展相结合,它应包括:(1)练习基本操作的实验,狠抓电视规范操作的录像教学;(2)精选与分析化学课堂教学有关内容的实验;(3)培养两个能力^②的设计性的、研究性的实验;(4)开设学科间互相渗透的实验,应增加分离科学、环境化学和计算机化学的内容,对生物试样、有机物和药物物质分析应有所关注。

第三版和第二版比较,内容和安排上有较大的变动:(1)精选和修改了定性分析内容,删去了阳离子的鉴定反应;(2)加强和规范了基本操作实验,增加了 KMnO_4 溶液滴定 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 的实验;将第二版中的第三章“定量分析仪器和基本操作”,经过精选和修改后,融会于各有关部分的实验内容之中;加入了电视规范操作的教学内容;(3)增加和加强了设计性的和研究性的内容,如实验八、十二、十七和§3-10的实验;(4)增加和加强了分离技术与计算机应用的实验,如实验二十五、二十六、二十七和第四章的大部分内容。此外,各种分析方法的前言、原理和附录也作了较大幅度的删减。

4. 本教材严格执行1984年国务院颁布的《关于我国统一实行法定计量单位的命令》,按国际单位制统一了分析化学的量和单位的名称与符号。

本书由武汉大学主编。参加这次修订的有武汉大学王洪英、孟凡昌,吉林大

^① 戴安邦,《大学化学》,4(1),1989,1。

^② 即基本操作技能和初步进行科学实验的能力。

学邹明珠、高蓓,中山大学陈焕光。1992年6月在中山大学召开了本教材的编写讨论会,中山大学张大经参加了审订工作。全书由王洪英通读整理。本书由北京大学童沈阳教授主审,在修订过程中,得到了许多从事分析化学工作的教师和实验技术人员的支持和帮助,特此致谢。

限于编者的水平,这次修订后仍可能存在不少缺点和错误,欢迎读者批评指正。

编 者
1992年6月

第二版前言

一九八〇年五月,在长春召开的高等学校理科化学教材编审委员会会议上制定了新的“分析化学实验”教学大纲,本书第一版教材已不能适应新的教学形势发展的需要。为此,我们于同年下半年即着手第二版教材的编写工作。现就本书第二版的编写原则和内容作一些说明。

1. “分析化学实验”作为一门独立的实验课程,应密切配合“分析化学”的课堂教学,注意与讲授教材的衔接,避免不必要的重复,但又必须保持实验教材的完整性和独立性。

2. 分析化学是一门实践性很强的学科。通过本课程的教学,培养学生理论联系实际,准确地掌握分析化学的基本操作技能和初步进行科学实验的能力。为了培养学生具有观察现象、分析问题和勤于思考的能力,在每个实验后增加了“注”和“参考资料”二项。思考题的数量也有所增加。

3. 分析化学实验包括定性和定量分析。在定性分析实验中,硫化氢系统分析法是重要内容,并在此基础上增加了部分阴离子分析和某些阳离子新的鉴定反应。在定量分析实验中,从分析方法上增加了电位滴定、离子选择电极、离子交换分离、三元络合物光度分析和示差光度分析等;从内容上结合环境监测、药物分析和矿样分析等方面的需要,增写了水中铬、苯酚、化学需氧量(COD)、白钨矿等实验。同第一版比较,本书的实验数目也有所增加,由第一版 25 个实验增至近 50 个实验。

4. 为了增加学生的实验基础知识,增写了“分析化学实验基础知识”一章。较系统地叙述了实验室中常用的试剂规格及配制原则及常用的滤器、器皿的性能及使用方法等内容。

5. 为了适应电子计算机的飞速发展和广泛应用这一新形势的需要,增写了“电子计算机的应用”一章。

6. 为了培养学生分析问题和解决问题的能力,本书除安排了一定数量的基本实验外,还增加了一些难度较大的实验,从中选择了 15 个作为选做实验(标上*号的实验)。同时,还安排了 18 组定量设计方案实验,这些实验在教材中只给出对象和要求,而让学生自己设计实验步骤。为此,本书单独写了“分析方案设计”一节。

7. 根据国家标准 GB 3102.8—82 物理化学和分子物理学的量和单位的规

定,溶液浓度量的名称为:物质 B 的物质的量浓度,符号为 c_B ,单位为 $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 。过去所惯用的摩尔浓度(符号为 M),当量浓度(符号为 N)等,按规定均不再使用。由于本书与武汉大学等校于 1982 年编《分析化学》(第二版)配合使用,因为该书仍旧使用 M, N 等符号,本书亦暂保留,待两书再次修订时,再按国家标准进行修改。

第二版教材初稿完成后,即在武汉大学、吉林大学、中山大学分析化学基础课教学中试用,并根据几年来教学实践中所发现的问题,进行了修改、补充和完善。本教材是三个学校从事分析化学基础课教学的老师们和实验技术人员的共同努力的结果,我们衷心感谢他们的热情支持和帮助。我们还从 1982 年在成都召开的全国分析化学实验教材教学讨论会议上,学习了很多兄弟院校的宝贵经验。此外,还得到一些科研部门和生产单位的协助,在此一并表示谢意。

本书由武汉大学主编。参加编写的有武汉大学王志铿、谢能咏,吉林大学罗齐昭,中山大学张大经。“电子计算机的应用”一章由中国科学技术大学张懋森执笔。一九八四年四月,在武汉召开了本书定稿会,会议由理科分析化学教材编审小组组长曾云鹗教授主持,对本书的内容逐章进行了讨论。全书经赵藻藩教授审阅,最后由谢能咏、王志铿同志通读整理。

由于编者水平有限,书中难免有不妥和错误之处,望读者批评指正。

编 者
1984 年 8 月

第一版前言

本书是根据1977年高等学校理科化学类教材会议制订的《分析化学实验》编写大纲编写的,用作综合性大学和师范院校化学系分析化学实验课程的试用教材。

分析化学是一门实践性很强的学科。通过分析化学实验课程的教学,可以使学生对分析化学基本理论加深理解,熟练地掌握分析化学的基本操作技能,为他们参加生产和科学研究打好一定的基础。

本书的实验是根据当前教学实际情况,从近几年来各兄弟院校的分析化学实验中选编出来的,其中有些实验内容(如无机定性化学分析)做了较大的改进,此外还增加了一些新的实验内容。

学习无机定性化学分析的目的,主要是熟悉常见离子的化学性质。为此,本书编排了一组“常见离子的基本性质和鉴定”实验。通过这组实验,使学生能够初步掌握常见离子与通用试剂的反应,了解硫化氢系统和两酸两碱系统分组方案的原理,并能初步设计共存离子分离和鉴定的方案。

对定量化学分析实验的基本操作,必须严格要求,并注意培养学生的严谨的科学态度。在内容上,可以安排一些纯溶液实验,但为了加深对基本理论的理解,必须有一定分量的实物分析,以培养学生解决实际问题的能力。

本书选编的实验内容分为必做和选做两种。选做的实验标有*号,各校可根据具体情况,自行确定,也可另选其他的实验。

本书由武汉大学主编,参加编写的有武汉大学赵藻藩、陆定安、谢能咏,吉林大学罗齐昭、顾念承和中山大学的同志。参加审稿的有北京大学、复旦大学、兰州大学、南京大学、南开大学、中国科学技术大学、厦门大学、四川大学、北京师范大学和上海师范大学等院校的同志。最后由武汉大学赵藻藩、谢能咏通读整理。

由于编者水平有限,加以编写时间仓促,书中难免有缺点和错误,希望读者批评指正。

编者

目 录

第 1 章 分析化学实验的基础知识	1
§ 1.1 分析化学实验的要求	1
§ 1.2 实验室安全常识	2
§ 1.3 定量分析实验概述	3
第 2 章 常见离子的定性分析实验	10
§ 2.1 定性分析概论	10
§ 2.2 半微量定性分析中常用仪器及基本操作	15
§ 2.3 定性分析实验	21
实验一 阳离子第 I 组 Ag^+ , Hg_2^{2+} 的分析	21
实验二 阳离子第 II _A 组 Pb^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} 的分析	24
实验三 阳离子第 II _B 组 Hg^{2+} , $\text{As}(\text{III}, \text{V})$, $\text{Sb}(\text{III}, \text{V})$, $\text{Sn}(\text{II}, \text{IV})$ 的分析	28
实验四 阳离子第 III 组 Fe^{3+} , Fe^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Mn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} 的分析	33
实验五 阳离子第 IV 组 Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} 的分析	41
实验六 阳离子第 V 组 K^+ , Na^+ , NH_4^+ , Mg^{2+} 的分析	44
实验七 阳离子 I ~ V 组离子的分析	48
实验八 常见阴离子的分析	50
实验九 铜合金的定性分析	61
§ 2.4 定性分析试剂配制方法	61
第 3 章 定量分析仪器与操作方法	71
§ 3.1 滴定分析仪器与操作方法	71
§ 3.2 沉淀重量分析法的操作与仪器	79
§ 3.3 分析天平	85
§ 3.4 酸度计	90
§ 3.5 分光光度计	93
第 4 章 定量分析基本操作实验	97
实验一 分析天平称量练习	97
实验二 滴定分析操作练习	98
实验三 容量仪器的校准	101
第 5 章 酸碱滴定实验	105
实验一 有机酸摩尔质量的测定(常量、微型滴定)	105
实验二 食用醋总酸度的测定(常量、微型滴定)	107

实验三	阿司匹林药片中乙酰水杨酸含量的测定	109
实验四	非水滴定法测定醋酸钠含量	112
实验五	HCl-HAc 混合液的电位滴定	115
实验六	缓冲溶液的配制及 pH 的测定	117
实验七	醋酸解离度和解离常数的测定	119
实验八	酸碱滴定设计实验	121
第 6 章	络合滴定实验	123
实验一	EDTA 溶液的标定	123
实验二	自来水硬度的测定	126
实验三	Bi^{3+} - Pb^{2+} 混合溶液的连续滴定	128
实验四	铝合金中铝含量的测定	130
实验五	胃舒平药片中 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 和 MgO 含量的测定	131
实验六	络合滴定设计实验	134
第 7 章	氧化还原滴定实验	135
实验一	过氧化氢含量的测定	135
实验二	化学需氧量的测定	137
实验三	铁矿石中全铁含量的测定	140
实验四	间接碘量法测定铜合金中铜含量	142
实验五	维生素 C 制剂及果蔬中抗坏血酸含量的直接碘量法测定	146
实验六	补钙制剂中钙含量的测定	148
实验七	溴酸钾法测定苯酚	150
实验八	氧化还原滴定设计实验	152
第 8 章	沉淀滴定与重量分析实验	155
实验一	莫尔法测定可溶性氯化物中氯含量	155
实验二	佛尔哈德法测定可溶性氯化物中氯含量	157
实验三	可溶性钡盐中钡含量的测定	159
实验四	微波干燥恒重重量法测定可溶性钡盐中钡含量	162
实验五	钢铁中镍含量的测定	163
实验六	植物或肥料中钾含量的测定	166
实验七	沉淀滴定设计实验	168
第 9 章	分光光度法实验	170
实验一	邻二氮菲分光光度法测定铁的条件试验及络合物组成的测定	170
实验二	邻二氮菲分光光度法测定微量铁	173
实验三	茜素红 S 催化动力学光度法测定微量铜	175
实验四	磷钼蓝吸光度法测定生(铸)铁、钢铁中磷含量	177
第 10 章	常用的分离富集方法实验	180
实验一	萃取分离-分光光度法测定环境水样中微量铅	180
实验二	钴、镍的离子交换分离及络合滴定法测定	183

实验三 蔬菜中天然色素的提取和薄层色谱分离	186
实验四 微波辅助萃取-分光光度法测定竹叶中总黄酮	188
第 11 章 综合实验	191
实验一 硅酸盐水泥中 SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO 和 MgO 含量的测定	193
实验二 室内空气中甲醛含量的测定	196
实验三 二氯化一氯五氨合钴(III)的制备及其组成分析	199
实验四 锌钝化液分析	203
实验五 电解精盐水的分析	203
实验六 露天水体的水质分析	203
实验七 黄铜中铜锌含量的测定	204
附录	205
附录 1 常用指示剂	205
附录 2 常用缓冲溶液的配制	208
附录 3 常用浓酸、浓碱的密度和浓度	208
附录 4 常用基准物质及其干燥条件与应用	209
附录 5 常用熔剂和坩埚	210
附录 6 相对原子质量表(2001 年)	211
附录 7 常用化合物的相对分子质量表	214
附录 8 定量化学分析实验常用仪器清单	217
附录 9 常用定容玻璃仪器允差	218
附录 10 国产滤纸的型号与性质	219
附录 11 滴定分析实验操作考查表(以 NaOH 溶液浓度的标定为例)	219
附录 12 常用分析化学术语(汉英对照)	221
主要参考文献	232

第1章 分析化学实验的 基础知识

§ 1.1 分析化学实验的要求

分析化学实验课程对提高学生的动手能力、分析和解决问题的能力及培养学生严谨的科学态度和实事求是的工作作风有重要作用。要学好这门课程,达到预期的目的,在学习过程中应注意做到如下几点:

(1) 实验前认真预习,结合理论学习教材,领会实验原理,了解实验步骤和注意事项,做好必要的预习笔记,如查好有关数据,列出数据记录表格以及实验顺序等。

(2) 实验操作要严格规范,仔细观察实验现象,并及时认真地做好记录,所有的原始数据要记在专用的实验记录本上。实验过程中测量数据时,应注意其有效数字的位数。如用分析天平称量时,要求记录到 0.0001 g ;常量滴定管及吸量管的读数,应记录至 0.01 mL ;用分光光度计测量溶液的吸光度时,若吸光度在 0.6 以下,应记录至 0.001 的读数,大于 0.6 时,则要求记录至 0.01 的读数等。实验记录上的每一个数据,都是测量结果,所以,重复观测时,即使数据完全相同,也都要记录下来。文字记录应力求工整、清楚,记录数据可采用一定的表格形式。实验中,如发现数据算错、测错或读错而需要改动时,将该数据用一横线划去,并在其上方写上正确的数字。平行实验数据之间的相对偏差一般要求不超过 $\pm 0.2\%$ 或 $\pm 0.3\%$ 。对于设计实验、复杂试样的分析及微型实验,偏差要求可略微放宽。

(3) 保持实验台和整个实验室的整洁、安静,集中思想、积极思考、有序地进行实验。了解实验室安全常识,爱护仪器,树立环境保护意识,在保证实验要求的前提下尽量节约试剂及能源。

(4) 实验完毕,认真写好实验报告。实验报告一般包括题目、日期、实验目的、简单原理、原始记录、结果(附计算公式)和讨论等,数据表格要一目了然。写报告可参考以下格式:

实验(编号) 实验名称

一、实验目的

二、实验原理

简要地用文字和化学反应式说明。例如,对于滴定分析,通常应有标定和滴定反应方程式,基准物质和指示剂的选择,标定和滴定的计算公式等。对特殊实验装置,应画出实验装置图。

三、主要试剂和仪器

列出实验中所要使用的主要试剂和仪器。除非特别注明,本教材中所用化学试剂均为分析纯,实验用水为蒸馏水。

四、实验步骤

应简明扼要地写出实验步骤。

五、实验数据及其处理

应用文字、表格、图形将数据表示出来。根据实验要求及计算公式计算出分析结果并进行有关数据和误差处理,尽可能地使记录表格化。

六、问题讨论

结合分析化学中有关理论解答实验教材上的思考题,对实验现象、产生的误差等进行讨论和分析。

§ 1.2

实验室安全常识

在分析化学实验中,经常使用腐蚀性的、易燃的、易爆炸的或有毒的化学试剂,还有易损的玻璃仪器和某些精密分析仪器及煤气、水、电等。为确保人身安全及实验室仪器设备的安全,必须严格遵守实验室的安全规则。

(1) 实验室内严禁饮食、吸烟,一切化学药品禁止入口。实验完毕须洗手。水、电、煤气灯使用完毕后,应立即关闭。离开实验室时,应仔细检查水、电、煤气、门、窗是否均已关好。

(2) 使用煤气灯时,应先将空气孔调小,再点燃火柴,然后一边打开煤气开关,一边点火。不允许先开煤气灯,再点燃火柴。点燃煤气灯后,应调节好火焰,用后立即关闭。

(3) 使用电器设备时,应特别细心,切不可用湿润的手去开启电闸和电器开关。凡是漏电的仪器不要使用,以免触电。

(4) 使用浓酸、浓碱及其他具有强腐蚀性的试剂时要特别小心,切勿溅在皮肤或衣服上。使用浓 HNO_3 , HCl , H_2SO_4 , HClO_4 , 氨水时,均应在通风橱中操作。夏天,打开浓氨水瓶盖之前,应先将氨水瓶放在自来水流水下冷却后,再行开启。如不小心将酸或碱溅到皮肤或眼内,应立即用水冲洗,然后用 $50\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 碳酸氢钠溶液(酸腐蚀时采用)或 $50\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 硼酸溶液(碱腐蚀时采用)冲洗,最后用水冲洗。

(5) 使用 CCl_4 、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂时,一定要远离火焰和热源。使用后将试剂瓶塞严,放在阴凉处保存。低沸点的有机溶剂不能直接在火焰或热源(煤气灯或电炉)上加热,而应在水浴上加热。

(6) 热、浓的 HClO_4 遇有机物常易发生爆炸。如果试样为有机物,应先加浓硝酸并加热,使之与有机物发生反应,有机物被破坏后再加入 HClO_4 。蒸发 HClO_4 所产生的烟雾易在通风橱中凝聚,如经常使用 HClO_4 ,通风橱应定期用水冲洗,以免 HClO_4 的凝聚物与尘埃、有机物作用,引起燃烧或爆炸,造成事故。

(7) 使用汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物品时应特别小心。氰化物不能接触酸,因作用时产生剧毒的 HCN ! 氰化物废液应倒入碱性亚铁盐溶液中,使其转化为亚铁氰化铁盐,然后作废液处理,严禁直接倒入下水道或废液缸中。用后的汞应收集在专用的回收容器中,切不可随意倒弃。万一发现少量汞洒落,要尽量收集干净,然后在可能洒落的地方洒上一些硫黄粉,并清扫干净,作固体废物处理。硫化氢气体有毒,涉及有关硫化氢气体的操作时,一定要在通风橱中进行。

(8) 如发生烫伤,可在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液或烫伤软膏。严重者应立即送医院治疗。实验室如发生火灾,应根据起火的原因进行针对性灭火。汽油、乙醚等有机溶剂着火时,用砂土扑灭,此时绝对不能用水,否则反而会扩大燃烧面;导线或电器着火时,不能用水或 CO_2 灭火器,而应首先切断电源,用 CCl_4 灭火器灭火,并根据火情决定是否要向消防部门报告。

(9) 实验室应保持室内整齐、干净。不能将毛刷、抹布扔在水槽中。禁止将固体物、玻璃碎片等扔入水槽内,以免造成下水道堵塞。此类物质以及废纸、废屑应放入废纸箱或实验室规定存放的地方。废酸、废碱应小心倒入废液缸,切勿倒入水槽内,以免腐蚀下水管。

§ 1.3 定量分析实验概述

一、定量分析化学实验过程

定量分析化学实验通常包括取样、试样分解和分析试液的制备、分析方法的选择、测定及分析结果的计算等几个步骤。

1. 取样

根据分析试样是固体、液体或气体,采用不同的取样方法。在取样过程中,最重要的是采取的试样应具有代表性,否则后面的分析结果即使具有很高的准确性也将毫无意义,甚至导致错误的结论。有关取样方法,可参看相应的《分析化学》教材及其他相关手册。

2. 试样分解和分析试液的制备

根据试样的性质、分析项目和共存物质的不同,分解试样的方法也不同。定